Practitioner's Docket No.: 811\_035 PATENT

#### IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re the application of: Tomoyuki FUJII, Hideyoshi TSURUTA and Tetsuya KAWAJIRI

Filed:

For: JOINED BODIES AND A METHOD OF PRODUCING THE SAME

Mail Stop Patent Application Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, VA 22313-1450 I hereby certify that this paper is being deposited with the United States Postal Service "Express Mail Post Office to Addressee" service under 37 CFR 1.10 addressed to Mail Stop Patent Application, Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on July 18, 2003 under "EXPRESS MAIL" mailing label number EV 98911 7400 US.

Janet M. Stevens

#### SUBMISSION OF CERTIFIED COPY OF PRIORITY DOCUMENT

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the following foreign country is hereby requested for the above-identified application and the priority provided in 35 USC 119 is hereby claimed:

Country Application Number Filing Date

JP P2002-213369 July 23, 2002

In support of this claim, a certified copy of the Japanese Application is enclosed herewith.

Respectfully submitted,

Customer No.: 025191

Telephone: (315) 233-8300

July 18, 2003

Date

Stephen P. Burr

Red No 32 970

SPB:jms

BURR & BROWN P.O. Box 7068 Syracuse, NY 13261-7068

3261-7068 Facsimile: (315) 233-8320

# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 7月23日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-213369

[ ST.10/C ]:

[JP2002-213369]

出 願 人
Applicant(s):

日本碍子株式会社

2003年 5月 6日

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office



【書類名】 特許願

【整理番号】 02P00365

【提出日】 平成14年 7月23日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 H01L 21/68

【発明の名称】 接合体の製造方法および接合体

【請求項の数】 18

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式

会社内

【氏名】 藤井 知之

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式

会社内

【氏名】 鶴田 英芳

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式

会社内

【氏名】 川尻 哲也

【特許出願人】

【識別番号】 000004064

【氏名又は名称】 日本碍子株式会社

【代理人】

【識別番号】 100097490

【弁理士】

【氏名又は名称】 細田 益稔

【選任した代理人】

【識別番号】 100097504

【弁理士】

【氏名又は名称】 青木 純雄

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 082578

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1

【物件名】

要約書 1

【包括委任状番号】 0103626

【プルーフの要否】 要

2

【書類名】 明細書

【発明の名称】 接合体の製造方法および接合体

【特許請求の範囲】

【請求項1】少なくともセラミックスを含む第一の部材と、少なくとも金属または金属複合材料を含む第二の部材とを接合する方法であって、

前記第一の部材と前記第二の部材との間に、少なくともインジウムを含む金属からなる接合材と、インジウムの融点を降下させる合金成分種を含む融点降下材とを介在させて積層体を得、前記インジウムおよび前記合金成分種からなる合金の固液共存温度で前記積層体を加熱することによって、前記第一の部材と前記第二の部材とを接合することを特徴とする、接合体の製造方法。

【請求項2】前記合金成分種が、スズおよび銀からなる群より選ばれた金属またはこれらの合金であることを特徴とする、請求項1記載の方法。

【請求項3】前記積層体を155℃以下の温度で加熱することを特徴とする、請求項1または2記載の方法。

【請求項4】前記積層体を等方加圧しながら加熱することを特徴とする、請求項 1~3のいずれか一つの請求項に記載の方法。

【請求項5】前記積層体を真空パックし、不活性雰囲気の充填された密閉容器内に収容し、この密閉容器内で前記不活性雰囲気によって前記積層体を等方加圧することを特徴とする、請求項4記載の方法。

【請求項6】前記加熱後に前記積層体の温度を室温へと降下させる間、前記積層体の等方加圧を継続することを特徴とする、請求項4または5記載の方法。

【請求項7】前記接合材が箔であることを特徴とする、請求項1~6のいずれか 一つの請求項に記載の方法。

【請求項8】前記融点降下材を、少なくとも前記接合材と前記第一の部材との間に介在させることを特徴とする、請求項1~7のいずれか一つの請求項に記載の方法。

【請求項9】前記融点降下材が箔または膜であることを特徴とする、請求項1~ 8のいずれか一つの請求項に記載の方法。

【請求項10】前記第一の部材が半導体ウエハー支持部材であることを特徴とす

る、請求項1~9のいずれか一つの請求項に記載の方法。

【請求項11】前記半導体ウエハー支持部材が静電チャックであり、前記第二の 部材が冷却用フランジであることを特徴とする、請求項10記載の方法。

【請求項12】前記第一の部材に第一の穴部が設けられており、前記第二の部材に第二の穴部が設けられており、前記第一の部材と前記第二の部材とを積層する際に前記第一の穴部および前記第二の穴部と前記接合材との間に気密性封止材を介在させ、この気密性封止材を前記第一の部材および前記第二の部材と直接接触させて封止を行うことを特徴とする、請求項1~11のいずれか一つの請求項に記載の方法。

【請求項13】請求項1~12のいずれか一つの請求項に記載の方法によって得られたことを特徴とする、接合体。

【請求項14】少なくともセラミックスを含む第一の部材、少なくとも金属または金属複合材料を含む第二の部材、および前記第一の部材と前記第二の部材との間に介在する接合層を備えている接合体であって、

前記接合層が、インジウムの融点を降下させる合金成分種と、インジウムとからなる合金相を含むことを特徴とする、接合体。

【請求項15】前記合金成分種が、スズおよび銀からなる群より選ばれた一種以上の金属であることを特徴とする、請求項14記載の接合体。

【請求項16】前記前記第一の部材が半導体ウエハー支持部材であることを特徴とする、請求項14または15記載の接合体。

【請求項17】前記半導体ウエハー支持部材が静電チャックであり、前記第二の 部材が冷却用フランジであることを特徴とする、請求項16記載の接合体。

【請求項18】前記第一の部材に第一の穴部が設けられており、前記第二の部材に第二の穴部が設けられており、前記第一の穴部および前記第二の穴部と前記接合層との間に気密性封止材が介在しており、この気密性封止材が前記第一の部材および前記第二の部材と直接接触していることを特徴とする、請求項14~17のいずれか一つの請求項に記載の接合体。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、少なくともセラミックスを含む第一の部材と、少なくとも金属または金属複合材料を含む第二の部材とを接合する方法、および接合体に関するものである。

#### [0002]

【従来の技術】CVD法、スパッタリング法、エッチング法等の半導体プロセスにおいては、いわゆるサセプターの上に半導体ウエハーを設置し、プロセスチャンバー内でプラズマ発生、または加熱により反応ガスを解離し、半導体ウエハーへのプロセスを行っている。この際、最近は、セラミックス製の静電チャックをサセプターとして使用し、半導体ウエハーをサセプターに対して吸着しながらプロセスを行うことが知られている。また、セラミックスヒーターをサセプターとして使用し、このセラミックスヒーターの上に半導体ウエハーを設置し、これを直接加熱することが知られている。しかし、半導体ウエハーの生産量を向上させるためには、サセプター上の半導体ウエハーのプロセス時の温度変化を抑制するために、プラズマ発生に伴う入熱に対して半導体ウェハーへの冷却を行い半導体ウェハー温度を制御することが必要であり、このためにはサセプターに対して冷却装置を結合する必要がある。

【0003】静電チャックを水冷式の金属冷却板に対して金属ボンディングによって結合する技術が提案されている(特開平3-3249号公報)。この技術においては、アルミナからなる静電チャックとアルミニウム製の水冷冷却板とをインジウムで結合している。また、特開平4-287344号公報においては、ペースト状のシリコーン樹脂からなる接着剤組成物を使用し、サセプターと金属冷却板とを接着している。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】しかし、インジウムやシリコーン樹脂接着剤組成物を接合材として用い、セラミックス製静電チャックと金属製の水冷フランジとを接合する際には、接合時の圧力が小さいと、接合後に、静電チャックの半導体ウエハー吸着面の平坦度が低下することがあった。ウエハー処理時には、ウエハーが静電チャックの吸着面に対して吸着するので、吸着面の平坦度が低下すると使用できなくなり、歩留り低下の原因となる。また、静電チャックの表面側へ

とバックサイドガスを供給することが多いが、静電チャックと金属部材との間の接合部分の気密性を高く維持することは難しい問題である。特に半導体製造システムの内部では熱サイクルが印加されるが、熱サイクル印加後にも接合部分の気密性を高度に維持することが求められている。従って接合時に加圧を行うことが望ましい。一方、接合時の圧力を大きくすると、静電チャックと金属冷却板との界面から接着剤が外部へとはみ出すおそれがある。また、接着剤の厚さが不均一になったり、製品ごとに不揃いになったりするおそれがある。

【0005】こうした理由から、静電チャックと金属部材とを接合するのに際して、接合部分の気密性を向上させるのと共に、接着剤のはみ出しを防止し、かつ接着層と静電チャックとの界面における密着性を向上させることが求められる。特に接着層とセラミックスは濡れにくいので、界面の密着性を微視的に見て向上させることは難しい。

【0006】本発明の課題は、少なくともセラミックスを含む第一の部材と、少なくとも金属または金属複合材料を含む第二の部材とを接合するのに際して、接合部分の気密性を向上させるのと共に、接着剤のはみ出しを防止し、かつ接着層とセラミックスとの界面における密着性を向上させることである。

#### [0007]

【課題を解決するための手段】本発明は、少なくともセラミックスを含む第一の 部材と、少なくとも金属または金属複合材料を含む第二の部材とを接合する方法 であって、

第一の部材と第二の部材との間に、少なくともインジウムを含む金属からなる接合材と、インジウムの融点を降下させる合金成分種を含む融点降下材とを介在させて積層体を得、インジウムおよび合金成分種からなる合金の固液共存温度で積層体を加熱することによって、第一の部材と第二の部材とを接合することを特徴とする。

【0008】また、本発明は、前記方法によって得られたことを特徴とする、接合体に係るものである。

【0009】また、本発明は、少なくともセラミックスを含む第一の部材、少なくとも金属または金属複合材料を含む第二の部材、および第一の部材と第二の部

材との間に介在する接合層を備えている接合体であって、接合層が、インジウムの融点を降下させる合金成分種と、インジウムとからなる合金相を含むことを特徴とする、接合体に係るものである。

【0010】本発明者は、第一の部材と第二の部材との間に、少なくともインジウムを含む金属からなる接合材と、インジウムの融点を降下させる合金成分種を含む融点降下材とを介在させて積層体を得、インジウムおよび合金成分種からなる合金の固液共存温度で積層体を加熱することを想到した。

【0011】この方法によれば、たとえばインジウムをその融点以上の温度で加熱して溶融させる場合とは異なり、かなり高い圧力を加えても接合材のはみ出しが生じにくい。この理由は、以下のように考えられる。接合材をその融点以上の温度に加熱する場合には、接合材の全体がほぼ均一に溶融してしまう。このため、接合材に高い圧力を加えると、接合材が流動し、第一の部材と第二の部材との間隙からはみ出す。これに対して、本発明においては、インジウムおよび合金成分種が均一に溶融するわけではなく、インジウムと合金成分種との接触界面およびその近傍から徐々に溶融が始まり、溶融領域が徐々に拡大していくものと思われる。このため、加熱時に圧力を加えても、接合材の多くは固相であるので、容易に変形しない。

【0012】しかも、この接合方法によれば、接合部分の気密性を高く維持でき、かつかつ接着層とラミックスとの界面における密着性が著しく向上することを発見し、本発明に到達した。

[0013]

【発明の実施の形態】以下、図面を参照しながら、本発明を更に詳細に説明する

図1は、本発明の一実施形態に係る接合体25を模式的に示す図である。本接合体25は、静電チャック10、冷却フランジ12および接合層14からなる。静電チャック10内には静電チャック電極18が埋設されている。電極18には端子20が接続されている。静電チャック10の吸着面に半導体ウエハー16を支持し、吸着する。本例においては、冷却フランジ12および静電チャック10を貫通する貫通孔24が設けられており、貫通孔24から矢印22のようにバッ

クサイドガス、例えばアルゴンガスや窒素ガスを供給可能となっている。また、 冷却フランジ12および静電チャック10には、半導体ウエハーを持ち上げるた めのリフトピン用の貫通孔を形成する(図示せず)。

【0014】次いで、図1の接合体25の製造方法を中心として、図2、図3を参照しつつ、本発明の製法を説明する。ただし、図2、図3においては、本発明の製法を一般的に説明するという目的から、図1に示す静電チャックや冷却フランジの内部構造は図示しない。

【0015】図2(a)、(b)、図3に示すように、第一の部材10と第二の部材12とを接合する。第一の部材10は少なくともセラミックスを含んでいる。第一の部材10の全体がセラミックスからなっていてよいが、第一の部材10のうち接合に供される接合面10bがセラミックスによって被覆されていてもよく、この場合には本体は金属、金属複合材、セラミック複合材からなっていてよい。

【0016】第一の部材を構成するセラミックスとしては、アルミナのような酸化物系セラミックス、チタン酸カルシウム、チタン酸バリウム、窒化物セラミックスを例示できる。窒化物セラミックスとしては、窒化珪素およびサイアロンが、耐熱衝撃性の点で好ましい。また、窒化アルミニウムは、フッ素系腐食性ガスに対する耐蝕性、および熱伝導性の点で好ましい。

【0017】第一の部材の種類は特に限定されない。たとえば、半導体製造用途に使用される部材であることが好ましく、半導体ウエハーを設置するサセプターが特に好ましい。このサセプターは種々の機能を有していてよい。例えば、基材の内部に静電チャック電極を設けた場合には、この半導体ウエハー支持部材は静電チャックとして使用できる。また、基材の内部に抵抗発熱体を設けた場合には、この保持部材をセラミックスヒーターとして使用できる。更に、基材中にプラズマ発生用の電極を設けた場合には、この保持部材をプラズマ発生用電極として使用できる。好適な実施形態では半導体ウエハー支持部材が静電チャックである

【0018】第二の部材12は少なくとも金属または金属複合材料を含む。第二の部材12の全体が金属または金属複合材からなっていてよいが、第二の部材1

2のうち接合に供される接合面12 a が金属または金属複合材によって被覆されていてもよく、この場合には本体はセラミックスやセラミック複合材からなっていてよい。

【0019】第二の部材を構成する金属は特に制限されない。しかし、ハロゲン 系腐食性ガスに対して第二の部材がさらされる場合には、アルミニウム、銅、ス テンレス鋼、ニッケルまたはこれらの金属の合金を使用することが好ましい。

【0020】第二の部材を構成する金属複合材料は特に限定されないが、金属成分にアルミ合金や銅合金、セラミックス成分にSiC、AlN、またはアルミナからなる金属-セラミックス複合材料などを例示できる。

【0021】第二の部材の種類も特に限定されない。好適な実施形態においては、第二の部材が、冷却機構を備えた冷却装置である。冷却装置において使用できる冷媒は、水、シリコンオイル等の液体であってよく、また空気、不活性ガス等の気体であってもよい。

【0022】たとえば図2(a)、(b)に示すように、本発明に従い、第一の部材10と第二の部材12との間に、少なくともインジウムを含む金属からなる接合材2と、インジウムの融点を降下させる合金成分種を含む融点降下材1A、1Bとを介在させて積層体13を得、インジウムおよび合金成分種からなる合金の固液共存温度で積層体13を加熱する。

【0023】ここで、接合材2を構成する金属は、インジウムの純金属であるか、あるいは、インジウムの合金である。インジウムの純金属には、不可避的不純物が含有されていてよい。インジウムと合金化される金属としては、金、銀、スズ、鉛、チタン、マグネシウムを例示できる。また、接合材2においてインジウムと合金化される金属の割合は、10重量%以下とすることが好ましい。

【0024】接合材の形態は特に限定されない。しかし、本発明においては、インジウムの融点以下の温度において、接合材2と融点降下材1A、1Bとの界面から溶融が始まり、第一の部材10と第二の部材12との間に、インジウム合金相を含む接合層を生成させる。従って、インジウムと他の合金成分種との合金化反応を促進するという観点からは、接合材2の厚さが500μm以下であることが好ましく、300μm以下であることが更に好ましい。また、同様の観点から

は、接合材2が金属箔であることが好ましい。

【0025】ただし、接合材2が薄いと接合層の状態にバラツキが生じやすい。 このため、接合界面の気密性を向上させるという観点からは、接合材の厚さを2 0μm以上とすることが好ましい。

【0026】融点降下材1A、1Bの形態も特に限定されない。しかし、接合材の全体にわたって均一にインジウムと合金成分種との反応を促進するという観点からは、箔状または膜状であることが特に好ましい。

【0027】また、融点降下材の厚さが大きくなりすぎると、融点降下材とインジウムとの反応が不十分になるおそれがあるので、この観点からは、融点降下材の厚さを50μm以下とすることが好ましく、30μm以下とすることが更に好ましい。一方、融点降下材が薄いと接合層の状態にバラツキが生じやすい。このため、接合界面の気密性を向上させるという観点からは、融点降下材の厚さを1μm以上とすることが好ましく、3μm以上とすることが更に好ましい。

【0028】融点降下材は、接合材2と第一の部材10との間に介在させることができ、あるいは接合材2と第二の部材12との間に介在させることができ、更に両方に介在させることができる。好適な実施形態においては、融点降下材を、少なくとも接合材2と第一の部材10との間に介在させる。これは、濡れ性の悪いセラミックス(第一の部材)10の表面を接合材によって濡らす上で、融点降下材を第一の部材10側に設置することが有効だからである。

【0029】本発明においては、少なくともインジウムを含む金属からなる接合材と、インジウムの融点を降下させる合金成分種を含む融点降下材とを介在させて積層体を得、インジウムおよび合金成分種からなる合金の固液共存温度で積層体を加熱する。この合金は当然インジウム合金であり、その主成分がインジウムと合金成分種である。固液共存温度とは、その合金組成に対応する固液共存温度を意味している。従って、固液共存温度は、インジウム合金組成に応じて変化し、相図から判定することができる。

【0030】合金成分種は、インジウムの融点を低下させる作用を有する限り、 特に限定されない。しかし、スズおよび銀からなる群より選ばれた金属またはこ れらの合金が特に好ましい。 【0031】特に好ましくは、合金成分種が、純スズ、またはスズと銀、鉛、チタンまたはマグネシウムとの合金である。純スズには不可避的不純物が含有されていてよい。スズ合金においては、スズ以外の金属の含有量は3重量%以下であることが好ましい。

【0032】加熱処理温度は、一般的には90 $\mathbb{C}$ 以上、155 $\mathbb{C}$ 以下が好ましい。これを90 $\mathbb{C}$ 以上とすることによって、接合部分の気密性を一層向上させることができる。この観点からは、加熱処理温度は95 $\mathbb{C}$ 以上であることが更に好ましく、100 $\mathbb{C}$ 以上が一層好ましい。

【0033】合金成分種がスズまたはスズ合金である場合には、加熱処理温度は 120℃以上であることが特に好ましく、これによって接合材および融点降下材 の共融を促進できる。

【0034】好適な実施形態においては、積層体を等方加圧しながら加熱する。 これによって、接合面の気密性を高く保持でき、かつ半導体ウエハー支持部材の 支持面の平坦度が接合工程後に劣化しない。

【0035】また、例えば静電チャックには、ガス穴、リフトピン穴、端子穴などの各種の穴部を設けることが必要である。この場合には、例えば冷却フランジにも、静電チャックの穴部と連通する貫通孔を設ける必要がある。このように第一の部材と第二の部材との両方に穴部を設け、各穴部を連通させた場合には、第一の部材と第二の部材との接合部分において、気密性を一層向上させる必要があり、また接合材の物質が穴部の方に流入したり、はみ出したりするのを防止する必要がある。

【0036】このように、第一の部材に第一の穴部を設け、第二の部材に第二の穴部を設け、両穴部を連通させる場合には、第一の部材と第二の部材とを積層する際に、第一の穴部および第二の穴部と接合材との間に気密性封止材を介在させ、気密性封止材を第一の部材および第二の部材と直接接触させて封止を行うことが好ましい。これによって、穴部は、気密性封止材によってシールされるのと共に、更に本発明の接合層によっても封止されるので、気密性が一層向上する。これと同時に、接合材の穴部へのはみ出しを気密性封止材によって防止できる。この結果、特に製品を量産しようとするときに、目的の気密性が得られるような製

品の歩留りを向上させることができる。

【0037】気密性封止材は特に限定されないが、第一の部材および第二の部材からの加圧によって高い気密性を発揮できるものが好ましく、〇リングやガスケットが好ましい。〇リングは通常の真空装置に用いられるゴム製の〇リングでよく、好ましくは、半導体製造装置向けのパーティクル発生を低減する材質の〇リングが良い。

【0038】以下、好適な実施形態について更に説明する。図2(a)に示すように、第一の部材10の接合面10bに融点降下材1Aを設け、第二の部材12 の接合面12aに融点降下材1Bを設ける。融点降下材1A、1Bは箔または膜である。この膜の形成方法は特に限定されず、イオンプレーティング法、化学的気相成長法、物理的気相成長法、有機金属化学的気相成長法、蒸着法、スパッタリング法、メッキ法を例示できる。

【0039】次いで、積層体13を等方加圧しながら加熱する。ここで、積層体13の等方加圧方法や加熱方法は特に限定されない。典型的には、図2(b)に示すように、積層体13を被膜3内に真空パックし、不活性雰囲気の充填された密閉容器内に収容し、この密閉容器内で不活性雰囲気によって積層体を等方加圧する。しかし、液体によって積層体を等方加圧することも可能である。

【0040】被膜3の材質は、弾性および加熱温度での耐熱性を有する限り、特に限定されない。不活性気体としては、窒素、アルゴン、窒素とアルゴンとの混合気体を例示できる。また、不活性気体の圧力は、接合体において充分な気密性が得られる程度の圧力であれば良い。一般的に、接合体の気密性を向上させるという観点からは、気体圧力を5 a t m以上とすることが好ましい。気体圧力の上限は特にないが、実用的には100 a t m以下が好ましく、20 a t m以下が更に好ましい。加熱温度は前述した。

【0041】密閉容器は特に限定されないが、好適な実施形態においてはオートクレーブである。

【0042】好適な実施形態においては、図3に示すように、オートクレーブ4 内に、真空パックされた積層体13を収容し、加熱および加圧する。ここで、オートクレーブ4内にはガス流路5を介してガス供給源6が接続されている。また 、オートクレーブ4内にはヒーター7が収容されており、ヒーター7の発熱量を 電源コントローラー8によって制御する。またヒーター7の前面にはファン9が あり、炉内を均熱化している。

【0043】なお、前述したように、融点降下材は必ずしも接合材2の両側に設置する必要はない。例えば、図4(a)、(b)に示すように、接合材2と第一の部材10との間に融点降下材1Aを挟むことができる。

【0044】好適な実施形態においては、少なくとも加熱時の最高温度時に等方加圧を行う。即ち、図5に示すように、加熱時の最高温度(T1)時(時間t2からt3の間)には、圧力が所定圧力P1に達するように設定する。

【0045】好適な実施形態においては、最高温度T1からの降温時(t3以降)にも等方加圧を継続する。特に好適な実施形態においては、室温TRへの温度降下時(t4)まで等方加圧を継続する。これによって、接合後の半導体支持部材の支持面10aの平坦度が一層向上する。

【0046】本発明の接合体において、半導体ウエハー支持部材の支持面の平坦度は、好ましくは30μm以下であり、更に好ましくは10μm以下である。

【0047】このようにして図6(a)に模式的に示すような接合体15Aが得られる。接合体15Aは、第一の部材10、第二の部材12およびこれらを接合する接合層14を備えている。接合層14はインジウム合金相を含む不均質な構造体からなる。図6(b)に示す接合体15Bには貫通孔21が設けられている

#### [0048]

## 【実施例】 (実験 A)

図 6 (b) に示すような接合体 15B を製造した。具体的には、図 2 (a) に示すように、第一の部材 10 と第二の部材 12 とを準備した。第一の部材 10 は、縦 50 mm、横 50 mm、厚さ 10 mmの直方体形状の窒化アルミニウムからなる。第二の部材 12 は、縦 50 mm、横 50 mm、厚さ 10 mmの直方体形状のアルミニウム A 60 61 合金からなる。それぞれ 5 箇所に直径 3 mmの貫通孔が設けられている。

【0049】第一の部材10と第二の部材12との間に、インジウム箔2および

箔状の融点降下材1A、1Bを挟んだ(実験番号A2、3、5、6、8、9)。あるいは、融点降下材からなる膜をスパッタリング法によって各面10b、12 a上に形成した(A1、4)。インジウム箔2の材質は、純度99.9%の純インジウムであり、箔の寸法は、縦50mm、横50mm、厚さ0.2mm(厚さの公差±10%)であった。融点降下材の材質および厚さは、表1に示すように変更した。

【0050】次いで、積層体13を真空パックし、真空状態に保持されたオートクレーブ4内に収容した。次いで、図5に示すスケジュールに従って加熱および等方加圧を行った。即ち、圧力を14atmまで上昇させ(t1)、次いで温度を室温から、表1に示す熱処理温度まで上昇させた。そして、5時間にわたって14atmを維持し、次いで圧力を14atmに維持しつつ、温度を室温にまで降下させた。最後に圧力を1atmに下げ、オートクレーブから接合体15Bを取り出した。

【0051】得られた接合体15Bについて、図6(b)に示すように貫通孔21の一端をゴム板19によって封止し、貫通孔の他端を0リング23を使用してヘリウムリーク検知装置27の配管26に接続した。接合体15Bの外部にヘリウムガスを供給し、リーク量を測定した。リーク量が $1\times10^{-8}$  Pam3/s未満の場合には、表1に「0K」と表記し、リーク量が $1\times10^{-8}$  Pam3/s s を超えた場合には、表1に「0K」と表記した。

【0052】また、接合体15Bの表面10a側から超音波探傷試験を行った。 そして、A1Nと接合層14との接合界面からのエコーを現像し、評価した。画像において白色部は欠陥であり、黒色部は密着性良好である。また白色部と黒色部とが混在している場合は密着性にムラがある。

[0053]

【表1】

	7		T				<del></del>			
結果	招告游探傷	密着良好、かつ也一	密着良好、かつ也一	変割 は、かった。 を 対 は かった 一	仮番 日本 かった で 番 日 な か し た し も 一 中 一 か し た 一 ー	を を かった を を を を を を を を を を を を を を を を を を を	で着良好 かし右一	密着弱、かつむら名し		
	かーラ	O K	0 K	O K	O K	0 K	O K	O K	NG	接合せず
接合条件	压力(atm)	1.4	1.4	1 4	1 4	1 4	1 4	1 4	1 4	1 4
	温度(で)	1 3 5	1 3 5	1 3 5	1 3 5	1 3 5	1 3 5	153	160	160
と	(mm)	3	1.5	3.0	3	1 0	3.0	I	1 5	1 5
	融点降下材	Snスパッタ	Sn窓	Sn符	ABAN"y	Ag箔	Ag箔	なし	Sn符	Sn部
実権機合		A 1	A 2	A 3	A 4	A 5	A 6	A 7	A 8	A 9

【0054】実験番号A1~6においては、銀またはスズからなる融点降下材を 設けた。また、インジウム-銀合金、インジウム-スズ合金の固液共存温度であ る135℃で熱処理を行った。この結果、ヘリウムリーク量は低く、また超音波 探傷試験の結果から見て、接合層と第一の部材との界面はほぼ全面にわたって高 度の密着性を示していた。

【0055】これに対して、実験番号A7においては、インジウム箔のみを使用し、153℃で加熱した。この結果、ヘリウムリーク量は少なかったが、超音波探傷試験の結果、接合層と第一の部材との界面において白色部(欠陥)が多く、ムラが多かった。実験番号A8においては、スズ箔を使用し、160℃で加熱した。160℃はインジウムースズ合金の融点を超えており、従って固液共存温度ではない。この結果、インジウムが第一の部材と第二の部材との間隙からはみ出し、シール不良となった。実験番号A9においては、スズ箔を使用し、100℃で加熱した。100℃はインジウムースズ合金の固液共存温度ではない。この結果、第一の部材と第二の部材とは接合しなかった。

## 【0056】(実験B)

図7に示す形態の接合体15Cを製造した。製造手順は実験Aと同様である。ただし、第一の部材10、第二の部材12の寸法は、縦25mm、横35mm、厚さ10mmとした。そして、インジウム箔2の寸法は、縦25mm、横25mm、厚さ0.2mmとした。融点降下材1A、1Bの寸法も縦25mm、横25mmとした。他は実験Aと同様にして接合体15Cを得た。接合時の条件は表2に示す。

【0057】得られた各接合体15Cを、図7に示す治具28によって保持した。そして、オートグラフを使用し、矢印Aのように、接合層17とは水平な方向に向かって、速度0.5mm/分で剪断荷重を負荷し、剥離強度を測定した。この結果を表2に示す。

[0058]

【表2】

せん断強度	(MPa)	1.5	2 . 1	1 . 8	1.1	1.0	8 . 0	0 . 4	1. 1	0 . 0
接合条件	压力 (atm)	1.4	1 4	ħ 1	ħ [	14	7 T	1 4	ħ [	1 4
	温度で	1 3 5	1 3 5	1 3 5	135	1 3 5	1 3 5	1 5 3	160	1 6 0
厚さ	( m m )	3	1 5	3 0	3	1 0	3 0	-	3 1	1 5
	融点降下材	Snスパッタ	Sn符	Sn符	ABZNWA	Ag箔	Ag箔	なし	Sn箔	Sn符
実験	番号	B 1	B 2	B 3	B 4	B 5	B 6	B 7	B 8	B 9

【0059】実験番号B1~6においては、高い剪断強度が得られた。実験番号B7においては、インジウム箔のみを使用し、153℃で加熱した。この結果、剪断強度は0.4MPaと低くなっていた。これは接合界面における密着性の低さによるものと思われる。実験番号B8においては、スズ箔をも使用し、インジウムの融点を超える160℃で加熱した。この結果、剪断強度は高くなったが、インジウムが部材の間隙からはみ出した。実験番号B9においては、スズ箔を使

用し、100℃で加熱した。この結果、第一の部材と第二の部材とは接合しなかった。

【0060】(実験C)

実験Aと同様にして図6(a)の接合体15Aを製造した。ただし、第一の部材10の形状は円板形状とし、直径φを300mmとし、厚さを20mmとした。第二の部材12の形状は円板形状とし、直径φを300mmとし、厚さを10mmとした。インジウム箔の直径も300mmとし、厚さは0.2mmとした。融点降下材は直径300mmの箔状とし、厚さおよび材質は、表3に示すように変更した。得られた接合体について、ヘリウムリーク量を測定し、超音波探傷試験を行った。

[0061]

【表3】

	Т	_		_	_	· · · · · · · ·
粘果	超音波探傷	密着良好、かつ均一	密着良好、かつ均一	密着弱、かつむら多し		
	ツード帝	O K	O K	O K	5 N	D N
2年	圧力 (atm)	1 4	1.4	1 4	1 4	1 4
接合条	温度 (で)	1 3 5	1 3 5	1 5 3	1 6 0	1 0 0
車な	( m m )	1 5	1 0	1	1 5	1 5
融点降下材		Sn谽	Ag路	なし	Sn符	恕uS
実験	御中	C 1	C 2	C 3	C 4	C 5

【0062】実験番号C1、C2においては、シール性、超音波探傷結果ともに

良好であった。実験番号C3においては、インジウム箔のみを使用し、153℃で加熱した。この結果、シール性は良好であるが、界面における密着性が低くなっていた。実験番号C4においては、スズ箔をも使用し、インジウムースズ合金の融点を超える160℃で加熱した。この結果、シール性が不良になった。これは、インジウムが溶融しているときに荷重を加えたために、インジウムが間隙から流出し、インジウムの量が接合面の一部において過少となったためと思われる。この傾向は、本例のように接合面積が増大すると現れるようである。実験番号C5においては、スズ箔をも使用し、100℃で加熱した。この結果、第一の部材と第二の部材とは接合しなかった。

### 【0063】 (実験D)

図8(a)、(b)に示す形態の接合体15Dを製造した。製造手順は実験Aと同様である。ただし、第一の部材10Aには、予め直径3mmの貫通孔21Aを設けた。貫通孔21Aの接合面10b側の開口には、外径10mmの段差部分10cを形成した。また、第二の部材12には直径3mmの貫通孔21Bを設けた。第一の部材と第二の部材とを積層する際に、両者の間にインジウム箔および融点降下材を挟むのと共に、段差部分10c内に、外径10mm、内径6mmの0リング23をセットした。0リング23は、金属接合材に接触しないようにし、第一の部材10Aの加圧面10dおよび第二の部材12の接合面12aに対して直接に接触させた。0リング23の内側空間30は、穴部21A、21Bに連通している。この状態で、実験Aと同様にして接合を実施した。接合後は、0リング23によって空間30、穴部21A、21Bが気密に封止される。

## 【0064】 (歩留り試験)

実験Aのタイプの接合体15B(図6(b)参照)を10体製作した。そして、前述のようにシール性を評価した結果、歩留まりが80%であった。

【0065】これに対して、実験Dのタイプの接合体15D(図8参照)を10体製作した。前述のようにシール性を評価したところ、歩留まりが100%となった。このように、接合層の内側にOリングを内蔵することにより、In接合界面のシール性の歩留りをを向上させることができた。

[0066]

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、少なくともセラミックスを含む第一の部材と、少なくとも金属または金属複合材料を含む第二の部材とを接合するのに際して、接合部分の気密性を向上させるのと共に、接着剤のはみ出しを防止し、かつ接着層とセラミックスとの界面における密着性を向上させることができる。

## 【図面の簡単な説明】

- 【図1】本発明の一実施形態に係る接合体25を模式的に示す図である。
- 【図2】(a)は、半導体ウエハー支持部材10と金属部材12との間に金属接合材からなる箔2、および融点降下材1A、1Bを介在させた状態を示し、(b)は、積層体13を被膜3によって真空パックした状態を示す。
- 【図3】真空パックされた積層体13をオートクレーブ4内に収容している状態 を模式的に示す図である。
- 【図4】(a)は、半導体ウエハー支持部材10と金属部材12との間に金属接合材からなる箔2および融点降下材1Aを介在させた状態を示し、(b)は、積層体13を被膜3によって真空パックした状態を示す。
- 【図5】加熱および等方加圧時の温度および圧力のスケジュール例を示す。
- 【図6】(a)、(b)は、接合体15A、15Bを模式的に示す断面図である
- 【図7】接合体15Cおよびその剪断試験方法を説明する図である。
- 【図8】(a)は、接合体15Dを概略的に示す断面図であり、(b)は、(a)のVIII-VIII線断面図である。

 【符号の説明】1A、1B 融点降下材
 2 金属接合材
 6 ガ

 ス供給源
 7 ヒーター
 10 第一の部材 10 a 第一

 の部材 10の表面
 10b 第一の部材 10の接合面
 12 第二

 の部材 12a 第二の部材 12の接合面
 13 積層体
 1

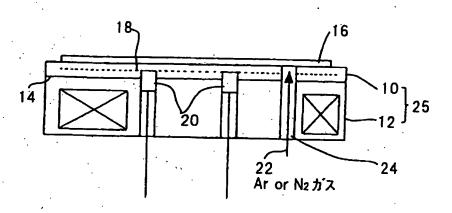
 4 接合層
 15A、15B、15C、15D 接合体
 21A

 第一の穴部
 21B 第二の穴部
 23 気密性封止材

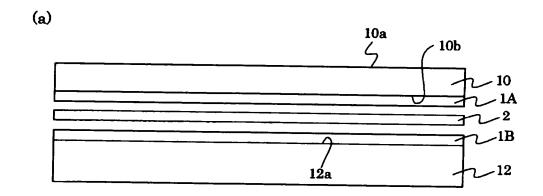
【書類名】

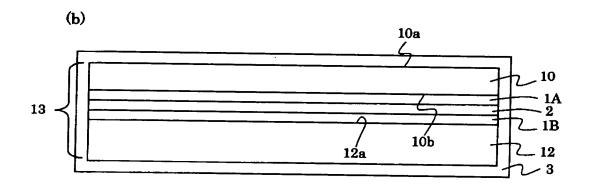
図面

【図1】

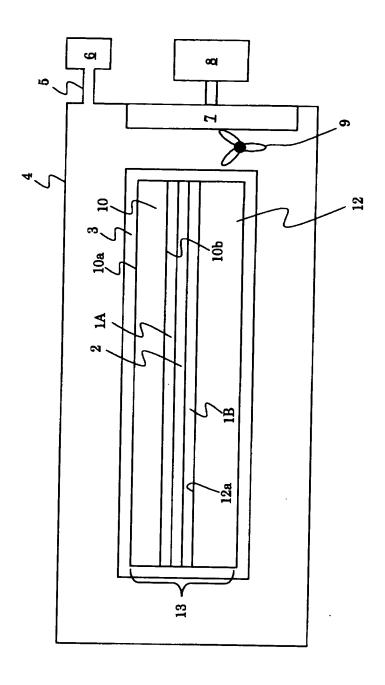


# 【図2】

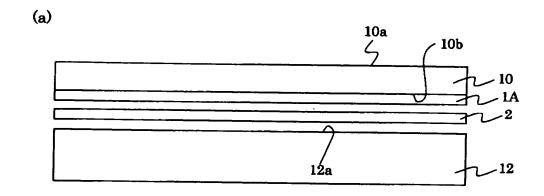


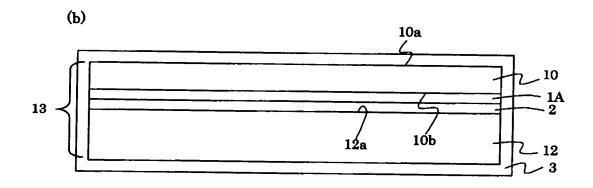


【図3】

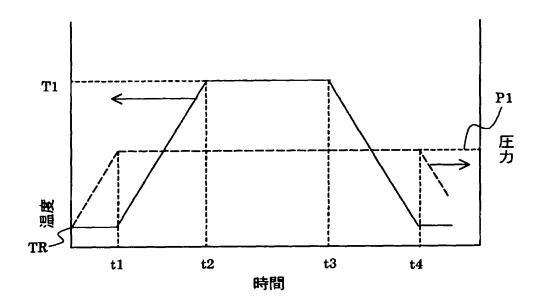


【図4】

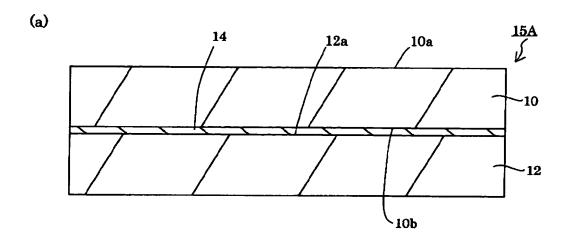


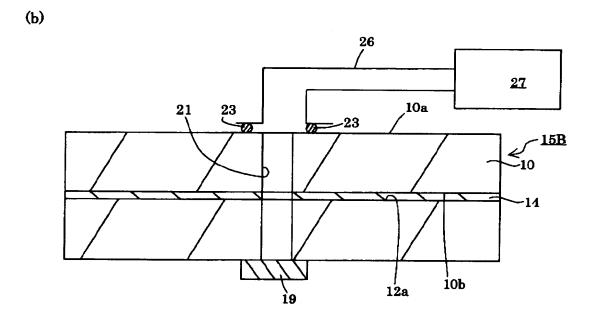


[図5]

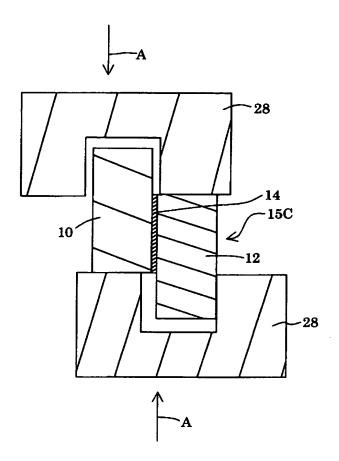


【図6】



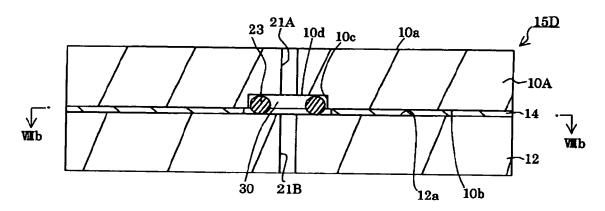


【図7】

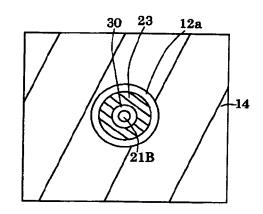


[図8]

(a)



**(b)** 



## 【書類名】 要約書

【課題】セラミックスと金属または金属複合材料とを接合するのに際して、接合部分の気密性を向上させるのと共に、接着剤のはみ出しを防止し、かつ接着層と 静電チャックや金属部材との界面における密着性を向上させる。

【解決手段】少なくともセラミックスを含む第一の部材10と、少なくとも金属または金属複合材料を含む第二の部材12とを接合する。第一の部材10と第二の部材12との間に、少なくともインジウムを含む金属からなる接合材2と、インジウムの融点を降下させる合金成分種を含む融点降下材1A、1Bとを介在させて積層体13を得る。インジウムおよび合金成分種からなる合金の固液共存温度で積層体13を加熱することによって、第一の部材10と第二の部材13とを接合する。

【選択図】

図 2

## 出願人履歴情報

識別番号

[000004064]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由]

新規登録

住 所

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

氏 名

日本碍子株式会社